



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ N.º de publicación: **ES 2 087 013**

⑫ Número de solicitud: 9302228

⑤① Int. Cl.⁶: B29B 17/02

C08J 11/08

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

⑫② Fecha de presentación: **25.10.93**

⑫③ Fecha de publicación de la solicitud: **01.07.96**

Fecha de concesión: **13.01.97**

⑫⑤ Fecha de anuncio de la concesión: **16.03.97**

⑫⑤ Fecha de publicación del folleto de patente:
16.03.97

⑦③ Titular/es:
Universidad Politecnica de Valencia
Camino de Vera, s/n
46071 Valencia, ES
Consejo Superior de Investigaciones Científicas

⑦② Inventor/es: **Corma Canós, Avelino y**
Primo Millo, Jaime

⑦④ Agente: **No consta**

⑤④ Título: **Procedimiento para recuperar polietileno y aluminio de hojas de aluminio recubiertas de polietileno de residuos de envases tipo "pack".**

⑤⑦ Resumen:

Procedimiento para recuperar polietileno y aluminio de hojas de aluminio recubiertas de polietileno de residuos de envases tipo "pack".

El procedimiento utiliza disolventes orgánicos tales como hidrocarburos clorados o no y comprende las siguientes etapas: a) Troceado del material, b) extracción del polietileno con un disolvente orgánico, c) separación en caliente del aluminio de la solución obtenida en b), d) separación del polietileno disuelto bien por enfriamiento, de la solución hasta una temperatura inferior a 60 °C y separación del sólido que precipita, bien por evaporación del disolvente, en el que cualquiera de las etapas b), c) y d) se llevan a cabo de forma continua o discontinua. Como disolventes se emplean hidrocarburos alcanos, olefínicos, aromáticos o mezclas de ellos e hidrocarburos halogenados. La extracción se lleva a cabo a temperaturas entre 50 y 200 °C, y a una presión comprendida entre la atmosférica y 0,4 kPa.

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el artº 37.3.8 LP.

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. C/Panamá, 1 - 28036 Madrid

ES 2 087 013 B1

DESCRIPCION

Procedimiento para recuperar polietileno y aluminio de hojas de aluminio recubiertas de polietileno de residuos de envases tipo "pack".

Campo de la técnica.

Productos estratificados compuestos esencialmente de resina.

Separación de materiales plásticos de otros materiales.

Recuperación o tratamiento de residuos por disolventes selectivos.

Introducción.

En la actualidad se requieren desarrollar no solamente procesos industriales más eficaces, sino además respetuosos con el medio ambiente. En este sentido, se tiende a producir la menor cantidad de residuos, y a ser posible alcanzar la situación de reciclado total o vertido cero. En el campo de los envases de alimentos se vienen utilizando profusamente envases de tipo "pack" (por ejemplo tetrabrick®) que por sus condiciones higiénicas y aislamientos permiten su conservación en las condiciones habituales de almacenamiento. En la actualidad los residuos producidos por estos envases, que contienen materiales celulósicos, aluminio y polímeros orgánicos (fundamentalmente polietileno de baja densidad), se almacenan en vertederos controlados, o se utilizan como combustible por su poder calorífico. Sin embargo este último procedimiento presenta problemas medio ambientales relacionados con la presencia de aluminio en su composición. No cabe duda que un aprovechamiento integral o reciclado completo de estos materiales permitiría no sólo reducir los vertidos, sino además mejorar el balance económico del proceso global debido a la recuperación de productos valiosos tales como la celulosa, el polímero orgánico y el aluminio metálico.

Estado de la técnica.

La patente europea EP 0530662 (de prioridad JP 25472391 de 4-9-91) "Easy to-Recycle laminated material for packaging use" propone la sustitución de los materiales convencionales por otros en que las distintas láminas (papel-plástico-aluminio) están separadas por una lámina de alcohol polivinílico (u otro producto soluble en agua) con lo que el reciclado se pueden separar fácilmente las distintas capas. Dado, sin embargo que en la práctica no se utiliza este tipo de material el problema está en adaptarse al material existente.

La patente ES P0514714 (así como sus divisionarias P0526513 y P0516699) de 20-7-82 describen la recuperación de polietileno a partir de películas de este material mediante su disolución en caliente en disolventes orgánicos (hidrocarburos bencénicos y clorados).

En los últimos años se han desarrollados procedimientos que permiten recuperar el componente celulósico de estos envases como se describe, por ejemplo en la patente europea EP 0002122 (prioridad US 849548 de 8-11-77) "Method and apparatus for separating paper and fibres from portions of polyethylene film material". Aunque este procedimiento permite separar el 75% del peso del producto que corresponde al papel, queda en sin resolver la separación del polietileno

de aluminio.

Descripción de la invención.

El proceso de separación del componente polimérico orgánico -fundamentalmente polietileno de baja densidad- (al que en lo sucesivo denominaremos *polietileno*) de la lámina de aluminio en los envases, se basa en una extracción del polietileno mediante la utilización de disolventes orgánicos. Para ello, se trata el material que contiene los componentes celulósicos, aluminio y polietileno (o bien este mismo material del que previamente se ha separado el material celulósico) con un compuesto orgánico capaz de disolver el polietileno. Como disolventes adecuados se encuentran los hidrocarburos de entre 4 y 20 átomos de carbono, preferentemente entre 5 y 16 átomos de carbono tales como los hidrocarburos alcanos, olefinicos, aromáticos o mezclas de ellos. Se ha visto que también los hidrocarburos halogenados con 1 a 4 átomos de carbono resultan especialmente útiles para llevar a cabo el proceso; como ejemplos de este tipo de disolventes cabe citar el di-, tri- o tetra-cloroetano, el di-, tri, tetra-penta- hexa-cloroetano y el di-, tri- o tetra-cloroetileno. Se ha visto también que derivados oxigenados de hidrocarburos alifáticos con 1 a 12 átomos de carbono (tales como alcoholes y éteres) son capaces, en las condiciones adecuadas, de extraer el polímero orgánico.

La extracción se lleva a cabo a temperaturas entre 50 y 250°C, preferiblemente entre 50 y 200°C, y a una presión comprendida entre la atmosférica y 20 atmósferas (2 kPa), preferentemente a menos de 4 atmósferas (0.4 kPa).

El proceso de extracción, con los disolventes y las condiciones de presión y temperatura indicadas, se lleva a cabo en un equipo continuo o discontinuo en el que se ponen en contacto el disolvente y el sólido durante un tiempo comprendido entre 1 min y 20 h, preferentemente entre 2 min y 2h, empleándose una relación de disolvente a sólido comprendida entre 1 y 100, preferentemente entre 3 y 20.

La forma operativa es la siguiente: los envases troceados se someten a un primer lavado con agua, al objeto de separar la mayor parte de las impurezas ajenas al producto. Esta operación puede haber sido llevada a cabo en una etapa previa de eliminación de la capa celulósica para el aprovechamiento de ésta.

El material se introduce a continuación en un equipo de extracción junto con la cantidad de disolvente, manteniéndose ambos, a la temperatura elegida, preferentemente en agitación. Una vez transcurrido el tiempo necesario se separa, en caliente, la fase líquida que contiene el polietileno disuelto del residuo formado por las láminas de aluminio. De la solución obtenida, libre de materiales sólidos, se separa polietileno del disolvente, bien por enfriamiento y filtración o centrifugación, bien por evaporación del mismo.

Cuando la separación se lleva a cabo por enfriamiento de la solución, el polietileno contiene aún disolvente absorbido que se separa por evaporación. En ambos casos el disolvente recuperado se recicla a la unidad de extracción; el residuo, formado por el polietileno libre de disolvente, en forma de polvo, se utiliza comercialmente.

Cuando la extracción y aislamiento del polietileno se realiza en forma continua, esta operación puede llevarse a cabo en una torre en la que por su parte inferior se introduce de forma continua el material a tratar (aluminio recubierto de polietileno) y por la superior el disolvente a la temperatura adecuada. Las velocidades de alimentación de ambos se controlan con el fin de conseguir que la relación de masa de componente a tratar a masa de disolvente y el tiempo de contacto sean los adecuados. Igualmente, cuando el disolvente procede de la separación por destilación, éste puede introducirse en forma de vapor por la base de la torre cuya parte superior se riega con el reflujo producido por la condensación del disolvente. Esta operación también puede realizarse en co-corriente, en una batería de tanques agitados a cuyo primer reactor llegan los dos flujos de productos y del último sale el aluminio y la solución, que se separan por filtración en caliente.

En la extracción continua, se obtiene, por la parte opuesta de la torre por donde se introduce el material a tratar, el aluminio libre de polietileno mientras que por la parte donde se introduce el material sale la solución que se trata por enfriamiento o destilación.

Ejemplos.

Ejemplo 1.

Separación del polietileno del aluminio de un residuo de tetrabrick® del que se le había separado el compuesto celulósico.

Se toman 10 g del material troceado convenientemente y se coloca en un reactor agitado, utilizándose 100 g de n-decano Q.P y calentando

a 160°C. Tras 30 min de ataque se separa en caliente el aluminio residual, comprobándose, por análisis termogravimétrico (TGA) que no contenía polietileno. De la solución fría se separa un sólido del que mediante análisis por inbarrojo se comprueba que es idéntico al polietileno.

Ejemplo 2.

Se toman 10 g del material del ejemplo 1 y se coloca en un reactor agitado, utilizándose 50 g de n-dodecano Q.P. y calentando a 180°C. Tras 40 min de ataque se separa en caliente el aluminio residual que se lava en caliente con otros 50 g de n-dodecano Q.P., comprobándose, por TGA que no contenía polietileno. De la solución fría se separa un sólido del que mediante análisis por inbarrojo se comprueba que es idéntico al polietileno.

Ejemplo 3.

Se toman 10 g del material del ejemplo 1 y se coloca en un extractor tipo Soxhlet, utilizándose 50 g de tricloroetileno Q.P. y calentando a ebullición. Tras 30 min de ataque se separa por un lado el aluminio residual, comprobándose, por TGA que no contenía polietileno y por otro la solución de la que, por destilación se recuperó el disolvente. El sólido resultante, mediante análisis por inbarrojo, se comprueba que es idéntico al polietileno.

Ejemplo 4.

Se toman 10 g del material del ejemplo 1 y se coloca en un reactor agitado al que se añaden 80 g de tricloroetileno. El sistema se calentó a ebullición durante 60 min separándose la solución que contenía el polietileno de aluminio que estaba exento de polímero.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para separar el polietileno unido al componente aluminico presente en envases del tipo "pack" por extracción con disolventes orgánicos, con recuperación de ambos, **caracterizado** porque tiene lugar según las siguientes etapas:

- a) Troceado del material.
- b) Extracción del polietileno con un disolvente orgánico.
- c) Separación en caliente del aluminio de la solución obtenida en b).
- d) Separación del polietileno disuelto por:
 - d1) Enfriamiento, de la solución hasta una temperatura inferior a 60°C y separación del sólido que precipita, o
 - d2) Evaporación del disolvente.

en el que cualquiera de las etapas b), c) y d) se llevan a cabo de forma continua o discontinua.

2. Procedimiento para separar el polietileno unido al componente aluminico presente en envases según la reivindicación 1, en el que el disolvente empleado puede ser: hidrocarburos de entre 4 y 20 átomos de carbono, preferentemente entre 5 y 16 átomos de carbono con una relación molar de H a C, tales como los hidrocarburos alcanos,

olefínicos, aromáticos o mezclas de ellos.

3. Procedimiento para separar el polietileno unido al componente aluminico presente en envases según la reivindicación 1, en el que el disolvente empleado puede ser: hidrocarburos halogenados con 1 a 4 átomos de carbono, como el di-, tri- o tetra-cloroetano, el di-, tri, tetra- penta- o hexa-cloroetano y el di-, tri- o tetra-cloroetileno.

4. Procedimiento para separar el polietileno unido al componente aluminico presente en envases según la reivindicación 1, en el que el disolvente empleado puede ser: derivados oxigenados de hidrocarburos alifáticos con 1 a 12 átomos de carbono (tales como alcoholes y éteres).

5. Procedimiento para separar el polietileno unido al componente aluminico presente en envases según las reivindicaciones anteriores, en el que la extracción se lleva a cabo a temperaturas entre 50 y 250°C, preferiblemente entre 50 y 200°C, y a una presión comprendida entre la atmosférica y 20 atmósferas (2 kPa), preferentemente a menos de 4 atmósferas (0.4 kPa).

6. Procedimiento para separar el polietileno unido al componente aluminico presente en envases según las reivindicaciones anteriores, en el que el proceso de extracción se lleva a cabo en un equipo continuo o discontinuo en el que se ponen en contacto el disolvente y el sólido durante un tiempo comprendido entre 1 min y 20 h, preferentemente entre 2 min y 2 h, empleándose una relación de disolvente a sólido comprendida entre 1 y 100, preferentemente entre 3 y 20.



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA

- ⑪ ES 2 087 013
⑫ N.º solicitud: 9302228
⑬ Fecha de presentación de la solicitud: 25.10.93
⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑮ Int. Cl.⁶: B29B 17/02, C08J 11/08

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US5232489 A (MERTENS-GOTTSELIG ET AL.) 03.08.93 * Columna 2, lin.31 - columna 7, lin.68; ejemplos 2,3,5,6 13,15 y16; reivindicaciones 1, 4-8, 10, 11, 13-16, 20-23*	1,2,5,6
Y	* Todo el documento *	3
Y	US3877474 A (URSSING ET AL.) 15.04.75 * Todo el documento *	3
Y	Base de Datos WPIL en Questel, semana 8549, Londres Derwent Publications Ltd., AN 85-306730[49], Class A08-S02 A11-C03, & JP60212434 A (TAKEDA CHEMICAL IND. KK) 24.10.85 * Resumen *	3
Categoría de los documentos citados X: de particular relevancia Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría A: refleja el estado de la técnica O: referido a divulgación no escrita P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud		
El presente informe ha sido realizado <input checked="" type="checkbox"/> para todas las reivindicaciones <input type="checkbox"/> para las reivindicaciones n.º:		
Fecha de realización del informe 30.05.96	Examinador C. Cavada Ipiña	Página 1/1